

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-122062

(43)Date of publication of application : 09.05.1990

(51)Int.Cl.

C23C 8/22

(21)Application number : 63-274763

(71)Applicant : SUGIYAMA MICHIO

(22)Date of filing : 31.10.1988

(72)Inventor : SUGIYAMA MICHIO

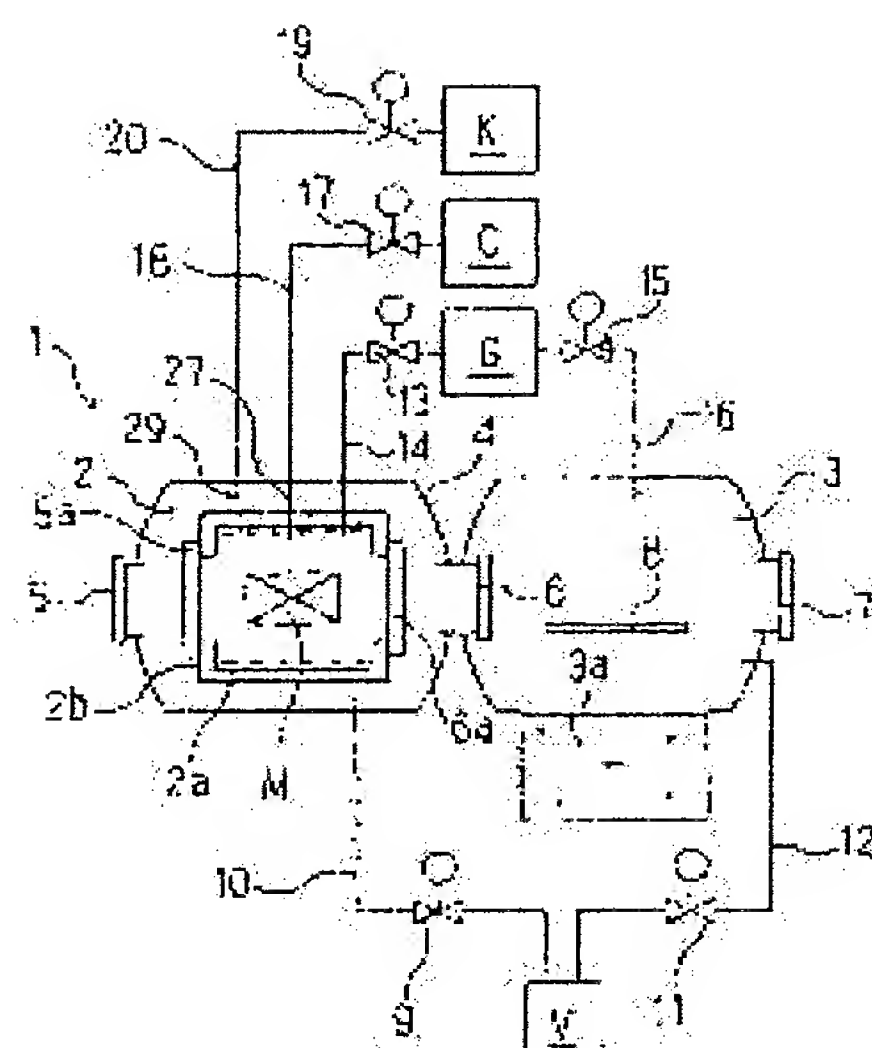
(54) METHOD FOR VACUUM CARBURIZATION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a high-quality evenly vacuum-carburized material by placing the material to be treated in a heat-treating furnace, and successively applying vacuum heating, injection of a carrier gas, soaking, carburization, diffusion, soaking at low temp., and hardening to the material.

CONSTITUTION: A material M to be treated is placed in a heating chamber 2, the chamber is evacuated by a vacuum pump V and heated by a heating element 2a, then evacuation is stopped, and a carrier gas (methanol, etc.) is injected from a carrier gas source K. When the heating chamber 2 is held at a specified pressure, the material M is soaked at a set temp., the carrier gas is completely pyrolyzed, the carrier gas is equilibrated with the material M, and an enriching gas (propane, etc.) is introduced from an enriching gas source C to carburize the material. When carburization is finished, the heating chamber 2 is evacuated, and the material M is heated, diffused, then cooled to a hardening temp., and soaked.

The material M is then transferred onto a lifter 8 in a cooling chamber 3, gaseous nitrogen, etc., are supplied to the chamber 3 from an inert gas source G, the lifter 8 is lowered into an oil tank 3a, and the material is hardened.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-122062

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)5月9日

C 23 C 8/22

7371-4K

審査請求 有 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 真空浸炭方法

⑯ 特 願 昭63-274763

⑰ 出 願 昭63(1988)10月31日

⑱ 発 明 者 杉 山 道 生 愛知県春日井市高森台3丁目7番地21

⑲ 出 願 人 杉 山 道 生 愛知県春日井市高森台3丁目7番地21

⑳ 代 理 人 弁理士 飯田 堅太郎 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

真空浸炭方法

2. 特許請求の範囲

下記工程を経て被処理物を浸炭する構成よりなる真空浸炭方法。

① 第一工程

被処理物を熱処理炉に導入し、減圧しつつ加熱する真空加熱工程。

② 第二工程

前記被処理物を前記炉内で加熱しつつ前記炉内にキャリアガス材料を注入するキャリアガス材料注入工程。

③ 第三工程

前記被処理物を均熱加熱し、その間に併せて前記炉内に注入されたキャリアガス材料が分解したキャリアガスと前記被処理物とのブードア反応と水性ガス反応の平衡状態を作る均熱加熱工程。

④ 第四工程

前記炉内にエンリッチガスを導入し、前記被処理物を浸炭処理する浸炭工程。

⑤ 第五工程

前記炉内を減圧し、前記被処理物を真空加熱する拡散工程。

⑥ 第六工程

前記被処理物を降温均熱加熱する降温均熱加熱工程。

⑦ 第七工程

前記被処理物を焼入処理する焼入工程。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

この発明は、減圧下で鋼材からなる被処理物を浸炭する真空浸炭方法に関する。

<従来の技術>

従来、ガス浸炭に比べて浸炭サイクルが短い・爆発の虞れない等の理由で、鋼材からなる被処理物を浸炭処理する場合、減圧下で浸炭処理する真空浸炭方法が多く用いられている(特公昭51-29703号公報・特公昭54-31976号

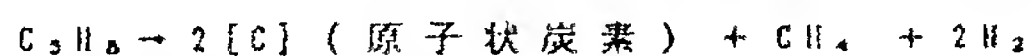
公報参照)。

そして、従来の真空浸炭方法では、被処理物を浸炭処理する場合、実際の作業では、熱処理炉内の圧力を150～500Torr、温度を930～1040度とするとともに、その炉内に炭化水素ガス(メタンやプロパン等、さらに、必要により不活性ガスの窒素ガス等を混入させたもの)を20～100ℓ/min供給するとともに20～120秒滞留させ、炉内で炭化水素ガスが熱分解する際に生ずる原子状炭素を利用して行なっていた。

＜発明が解決しようとする課題＞

しかし、浸炭時、炉内に供給する炭化水素ガスとして、メタンに比べて単価の安いプロパンを使用する場合には、従来の真空浸炭方法では、次のような問題が生じてしまう。

プロパン(C_3H_8)の炉内での熱分解は、まず、



(分解速度1/1000秒(約1000度において))

と分解し、その後、メタン(CH_4)の熱分解が、



炭ムラが生じてしまう。

この発明は、上述の課題を解決するものであり、炉内でのススの発生を抑えることができるとともに、使用するガス量を少なくでき、さらに、浸炭ムラを生ずることなく高品質に処理できる真空浸炭方法を提供することを目的とする。

＜課題を解決するための手段＞

この発明に係る真空浸炭方法は、下記工程を経て被処理物を浸炭する構成よりなる。

①第一工程

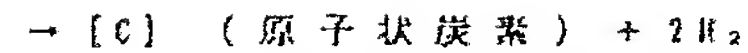
被処理物を熱処理炉に導入し、減圧しつつ加熱する真空加熱工程。

②第二工程

前記被処理物を前記炉内で加熱しつつ前記炉内にキャリアガス材料を注入するキャリアガス材料注入工程。

③第三工程

前記被処理物を均熱加熱し、その間に併せて前記炉内に注入されたキャリアガス材料が分解したキャリアガスと前記被処理物とのブロードア



(分解速度50秒(約1000度において))

と分解する。

そして、原子状炭素の寿命は、1/100000～1/10秒程度と極めて短く、かつ、炭化水素ガスの炉内での滞留時間を考慮すると、その原子状炭素が浸炭に寄与するのは、メタンが熱分解する際の原子状炭素となる。その結果、プロパンが炉内に注入された当初の、メタンに熱分解する際に生ずる二個分の原子状炭素は、ススとなってしまう。

そのため、ススによる炉のトラブルが発生し易い。また、炉内に注入されるプロパンの大部分が浸炭に寄与することなくススになることから、無駄にプロパンを使用することになるとともに、ススとなるプロパンを加熱するエネルギーも無駄となってしまう。

さらにまた、メタンが熱分解する際の原子状炭素を浸炭に利用することから、未分解のメタンを常時被処理物に接触させる必要があり、円滑に未分解のメタンが被処理物に接触していないと、浸

反応と水性ガス反応の平衡状態を作る均熱加熱工程。

④第四工程

前記炉内にエンリッチガスを導入し、前記被処理物を浸炭処理する浸炭工程。

⑤第五工程

前記炉内を減圧し、前記被処理物を真空加熱する拡散工程。

⑥第六工程

前記被処理物を降温均熱加熱する降温均熱加熱工程。

⑦第七工程

前記被処理物を焼入処理する焼入工程。

＜実施例＞

以下、この発明の一実施例を図面に基づいて説明する。

実施例で使用する真空浸炭炉1は、第1図に示すように、加熱室2と冷却室3との2室を備え、加熱室2と冷却室3とが、真空容器4で覆われるとともに、真空弁9・11を備えた管路10・1

2を介して真空ポンプVと、電磁弁13・15を備えた管路14・16を介して窒素ガス等の不活性ガス源Gとにそれぞれ接続されている。

加熱室2は、高温環境の真空中および大気中において化学的・強度的に安定している発熱体2aと断熱材2bとから構成されている。5は装入扉、5aは内部装入扉、6は中間真空扉、6aは内部中間扉である。

冷却室3は、内部に冷却手段としての油槽3aを備えている。8は被処理物Mを油槽3aに入れる昇降台である。

そして、この真空浸炭炉1では、加熱室2に2つのノズル27・29が配設されている。

ノズル27は、電磁弁17を備えた管路18を経てエンリッチガス源Cに接続されており、ノズル29は、電磁弁19を備えた管路20を経てキャリアガス材料源Kに接続されている。

エンリッチガスとしては、メタン(CH_4)、プロパン(C_3H_8)、ブタン(C_4H_{10})、イソプロピルアルコール($(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$)等を使用することができる。

合には、キャリアガス材料源Kには、水を貯留しておけばよい。

つぎに、この真空浸炭炉1を使用して、鋼材である被処理物Mを浸炭処理する方法について説明する(第2図参照)。なお、実施例の場合、加熱室2の容積は 3m^3 であり、 500kg の被処理物Mを浸炭処理するものである。

第一工程

まず、装入扉5・5aを開放し、被処理物Mを加熱室2に装入し、直ちに装入扉5・5aを閉鎖する。そして、真空ポンプVを作動させるとともに電磁弁9を開き、加熱室2内を 0.5Torr 程度に減圧しながら、被処理物Mを発熱体2aにより真空加熱する。なお、この時、同時に電磁弁11を開いて、冷却室3も減圧しておく。また、実施例では、この第一工程の処理時間は約1時間である。

第二工程

加熱室2内が約 850°C に到達したなら、電磁弁9を閉じて加熱室2内の減圧排気を停止させ、そ

キャリアガス材料としては、加熱室2内で



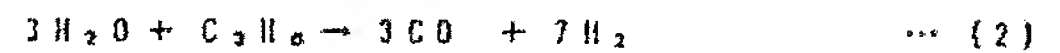
と熱分解若しくは分解反応してキャリアガスを生じさせればよく、メタノール(CH_3OH)、水とプロパン(C_3H_8)、水とベンゼン(C_6H_6)等が使用できる。

メタノールの熱分解は、



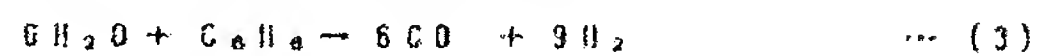
となり、

水とプロパンの分解反応は、



となり

水とベンゼンの分解反応は、



となる。

そして、エンリッチガスとしてプロパンを使用するような場合には、ノズル27から加熱室2内にプロパンが注入されることから、ノズル29からは水だけを注入すればよく、そのため、その場

して、電磁弁19を開いて、管路20・ノズル29を経てキャリアガス材料源Kからのキャリアガス材料を加熱室2内に注入する。そして、加熱室2内が $150 \sim 200\text{Torr}$ ($0.2 \sim 0.25\text{atm}$)となつたならば、電磁弁19を閉じて、加熱室2内へのキャリアガス材料の注入を停止する。

この時、キャリアガス材料としてメタノールを使用する場合には、キャリアガス材料源Kにメタノールを貯留させておくことから、電磁弁19の操作だけでよい。しかし、キャリアガス材料として水とプロパン等を使用するような場合には、キャリアガス材料源Kに水を貯留させておくことから、エンリッチガス源Cのプロパン等と水とを加熱室2内に注入させるよう、電磁弁17・19を共に操作することとなる。なお、実施例では、キャリアガス材料としてメタノール(液体)を使用する場合、加熱室2内に $25\text{cc}/\text{min}$ の流量で約10分間注入する。また、キャリアガス材料として水とプロパンを使用する場合には、水を $24\text{cc}/\text{min}$ 、プロパン(気体)を $10\text{L}/\text{min}$ の流量として約10分間

注入する。

第三工程

被処理物Mを設定温度で均熱加熱する（実施例では950度）。

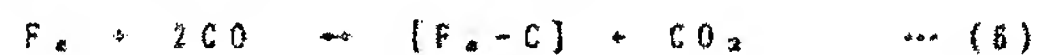
この時、キャリアガス材料がメタノールの場合には、均熱加熱する十分な時間（実施例では約1時間～1時間30分）の間に、加熱室2内の温度によつて、既述の(1)式のように完全にキャリアガスに熱分解する。

また、キャリアガス材料として水とプロパンを使用する場合には、既述の(2)式のようにキャリアガスに分解反応する。この時、加熱室2内が高温であり、また、加熱室2内が真空容器4で密封された減圧下であつて、 $3(\text{H}_2\text{O}) + 1(\text{C}_3\text{H}_8) \rightarrow 3(\text{CO}) + 7(\text{H}_2)$ の容積の変化が容易に行なえ、さらに、均熱加熱に要する十分な時間があることから、完全に分解反応することになる。またさらに、プロパンから熱分解した原子状炭素([C])とメタン(CH_4)とが存在すれば、水は、約850度以上において、



となつて、完全に分解することとなる。

そして、被処理物Mが均熱加熱される時間（実施例では約1時間～1時間30分）内において、加熱室2内では、下記のようなキャリアガスと被処理物Mとのブードア反応と水性ガス反応の完全な平衡状態を作ることができる。



ちなみに、この時、試験例では、850度で150Torr(0.2atm)に封じ込んだ水とプロパンからなるキャリアガス材料が、約30分後に、300Torr(0.4atm)となつて平衡状態になつた。

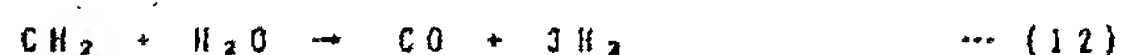
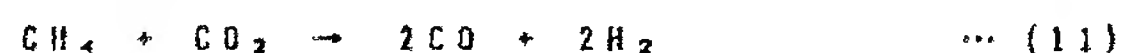
なお、第二工程において、キャリアガス材料として水とプロパンを使用する場合、加熱室2内に水を注入した当初には、既述の(7)式の脱炭方向の一方の反応を促進するが、密封された加熱室2内の高温・減圧下で、少量の水(240cc)が封入されるものであり、均熱加熱工程が終了するまで

の長い時間の間には、その水は、完全に分解して、その後、キャリアガスと被処理物Mとのブードア反応と水性ガス反応の完全な平衡状態を作ることになる。

第四工程

そして、均熱加熱工程を経て、キャリアガスと被処理物Mとの平衡状態が作られたなら、電磁弁17を開いて、管路18・ノズル27を経てエンリッチガス源Cからのエンリッチガスを加熱室2内に注入し、被処理物Mを浸炭処理する。

エンリッチガスとしてプロパンを使用した場合には、実施例では、加熱室2内にプロパンを2～4ℓ/minの流量で約90分間供給する。すると、加熱室2内では、つぎのような反応を示す。



そして、既述の(6)・(7)式の平衡状態が崩れ、被

処理物Mが浸炭されることとなる（脱炭方向の一方の方向が崩れ、浸炭方向の一方の方向となる）。なお、上述の(8)～(12)式の反応は、容積の変化を伴なうことから、減圧下において良好に反応することとなる。なお、このエンリッチガスの注入時、例えば、加熱室2内の設定圧を400Torr(0.5atm)とした場合、その設定圧を越えたなら、約15Torr(0.02atm)ずつ真空弁9を減圧排気するようにして、浸炭処理を行なう。

そして、この浸炭時では、第三工程におけるブードア反応と水性ガス反応の平衡状態を崩して浸炭に寄与するだけの量のエンリッチガスを加熱室2内に注入させればよい。そのため、エンリッチガスの使用量が少なく、かつ、そのエンリッチガスを昇温させるエネルギーも少なく済み、さらに、注入されたエンリッチガスも加熱室2内で完全に分解することから、エンリッチガスとしてプロパンを使用しても、ススの発生を抑えることができる。なお、同容積の加熱室2を使用し、従来の真空浸炭方法でプロパンにより500Kgの被処理物Mを

浸炭処理する場合には、プロパンを30～80ℓ/minの流量で約90分間注入しており、実施例では、エンリッチガスの使用量を数十分の一とすることができる。

そしてまた、この浸炭処理は、従来の真空浸炭方法のような炭化水素ガスが熱分解する際に生ずる寿命の短い原子状炭素を利用するのではなく、ブードア反応と水性ガス反応を利用して行なうものであることから、従来の真空浸炭方法のように、ガスを被処理物M表面に厳格に導かなくともよく、その結果、浸炭ムラの発生を防止して浸炭処理することができる。

第五工程

被処理物Mを浸炭処理したならば、電磁弁17を閉じ、再び加熱室2内を0.5Torr程度に減圧しながら、被処理物Mを真空加熱して拡散処理する。なお、この時、第二～四工程で発生した微量のCO₂、H₂Oによつて、被処理物Mの表面に酸化物が発生していても、その酸化物は真空加熱により解離して気散することとなつて、被処理物Mに異常

層が生ずることはない。なお、実施例では、この第五工程の処理時間は約1時間である。

第六工程

被処理物Mを拡散処理したならば、焼入れに最適な約850度の焼入温度まで被処理物Mを降温均熱加熱する。この時、電磁弁13を開き、不活性ガス源Gからの窒素ガス等を、加熱室2内が230～500Torr(0.3～0.8atm)程度となるまで、管路14を経て加熱室2内に注入し、降温速度を増加させて被処理物Mの処理時間を短縮させてもよい。

第七工程

被処理物Mを所定の焼入温度まで降温させたなら、中間真空扉6・6aを開き、被処理物Mを冷却室3の昇降台8に移送し、直ちに中間真空扉6・6aを閉じる。そして、電磁弁15を開いて不活性ガス源Gからの窒素ガス等を冷却室3内に供給し、昇降台8を降下させて焼入処理する。なお、中間扉6・6aを閉じたなら、高温の加熱室2内へ空気を導入して加熱室2内を大気圧状態とし

、さらに、装入扉5・5aを開いて後続の二番目の被処理物Mを加熱室2内へ装入し、直ちに装入扉5・5aを閉じる。

そして、昇降台8を上昇させ、搬出扉7を開いて被処理物Mを炉1外へ搬出し、直ちに搬出扉7を閉じ、冷却室3内を真空排気する。その間に、後続の被処理物Mを既述のように真空加熱・浸炭・拡散処理し、以下順次繰り返して作業する。

したがって、実施例の真空浸炭方法では、第四工程の浸炭時、第三工程におけるブードア反応と水性ガス反応の平衡状態を崩して浸炭に寄与するだけの量のエンリッチガスを加熱室2内に注入させればよい。ため、エンリッチガスの使用量が少なく、かつ、そのエンリッチガスを昇温させるエネルギーも少なく済み、さらに、注入されたエンリッチガスも加熱室2内で完全に分解することから、エンリッチガスにメタンだけでなくプロパンを使用しても、ススの発生を抑えることができる。

そしてまた、この浸炭処理は、従来の真空浸炭

方法のような炭化水素ガスが熱分解する際に生ずる寿命の短い原子状炭素を利用するのではなく、ブードア反応と水性ガス反応を利用して行なうものであることから、従来の真空浸炭方法のように、ガスを被処理物M表面に厳格に導かなくともよく、その結果、浸炭ムラの発生を防止して浸炭処理することができる。

また、実施例において、エンリッチガスとしてプロパンを使用する場合には、キャリアガス材料源Kに水を貯溜させ、加熱室2内にその水とエンリッチガス源Cからのプロパンとを注入すれば、既述の(2)・(4)・(5)式のように水とプロパンとが分解反応して、所定のキャリアガスを形成することができる。この場合には、例えば、キャリアガス材料としてメタノールを使用する場合に比べて、人に対して無害であるとともに、火災の虞れがなく安全で、貯溜するタンク等の防爆機構や消防法の規定による100ℓ以上の貯溜が禁止される等の規制がなく、さらに、コストも経済的となる。さらにまた、CO/CO+H₂の混合比において、メタノ

ールの33%（既述の(1)式参照）に対して、水とベンゼンを使用するような場合には、40%（既述の(3)式参照）となつて、浸炭処理の効率を良くすることができる。

なお、従来のガス浸炭方法においては、空気とメタン・プロパン・ブタン等の炭化水素ガス等を変成炉で変成された $XCO + YH_2 + ZN_2$ のキャリアガス、あるいはメタノールと窒素ガス混合のキャリアガスを使用するが、ガス浸炭方法では加熱室内の圧力を大気圧以上にしてその雰囲気を維持するために多量のキャリアガスを加熱室内に注入し続けることから、キャリアガスに少量の水が含まれていると、分解反応する時間がなくて平衡状態を作ることができず、その結果、未分解の水が加熱室内に注入されると、常時脱炭方向の反応を促進することとなる。そのため、従来のガス浸炭方法では、極力、キャリアガスに水が含まれることを排除している。これに対し、実施例の真空浸炭方法では、キャリアガス材料として水とプロパン等を使用しても、その水は、加熱室2内に注入さ

れた当初、既述の(7)式の脱炭方向の一方向の反応を促進するが、密封された加熱室2内の高温・減圧下で適量の水が封入されるだけであり、均熱加熱工程が終了するまでの長い時間の間に、既述の(2)・(4)・(5)式のように完全に分解され、被処理物Mを脱炭させることはない。

さらに、従来のガス浸炭方法において、同容積の加熱室2を使用するとともにキャリアガス材料とエンリッチガスとにプロパンを使用し、500Kgの被処理物Mを浸炭処理する場合には、総量で約38.3 m^3 のプロパンを使用することとなつていた。しかし、実施例において、キャリアガス材料とエンリッチガスとにプロパンを使用する場合には、第二工程において、10 L/min の流量として約10分間、第四工程において、2~4 L/min の流量で約90分間、加熱室2内にプロパンを注入することになり、総量 $100+180\sim360=280\sim460\text{ L}$ 、即ち、0.28~0.46 m^3 のプロパンの使用量で済み、従来のガス浸炭方法に比べ、省資源・省エネルギーで浸炭処理を行なうことができる。

また、実施例の真空浸炭方法において、浸炭窒化処理する場合には、次のように行なう。

キャリアガス材料にメタノールを使用するような場合には、メタノールに尿素($(NH_2)_2CO$)を20%溶解させ、その溶液を10 cc/min 、エンリッチガスを3 L/min (プロパンの場合)、第四工程の浸炭処理時に加熱室2内へ同時に注入すればよい。

キャリアガス材料に水を使用するような場合には、同じく水に尿素($(NH_2)_2CO$)を50%溶解させ、その溶液を5 cc/min 、エンリッチガスを5 L/min (プロパンの場合)、第四工程の浸炭処理時に加熱室2内へ同時に注入すればよい。

上述のように行なうと、エンリッチガスによる浸炭と同時に、尿素が加熱室2内で熱分解し、その熱分解によつて生じた原子状窒素が被処理物Mに吸着・浸透して浸炭窒化処理が行なわれることとなる。

<発明の作用・効果>

この発明に係る真空浸炭方法は、以上のように、第四工程の浸炭時、第三工程におけるブロード

反応と水性ガス反応の平衡状態を崩して浸炭に寄与するだけの量のエンリッチガスを加熱室内に注入させればよい。ため、エンリッチガスの使用量が少なく、かつ、そのエンリッチガスを昇温させるエネルギーも少なく済み、さらに、注入されたエンリッチガスも加熱室内で完全に分解することから、ススの発生を抑えることができる。

そしてまた、この浸炭処理は、従来の真空浸炭方法のような炭化水素ガスが熱分解する際に生ずる寿命の短い原子状炭素を利用するのではなく、ブロード反応と水性ガス反応を利用して行なうものであることから、従来の真空浸炭方法のように、ガスを被処理物M表面に厳格に導かなくともよく、その結果、浸炭ムラの発生を防止して浸炭処理することができる。

4. 図面の簡単な説明

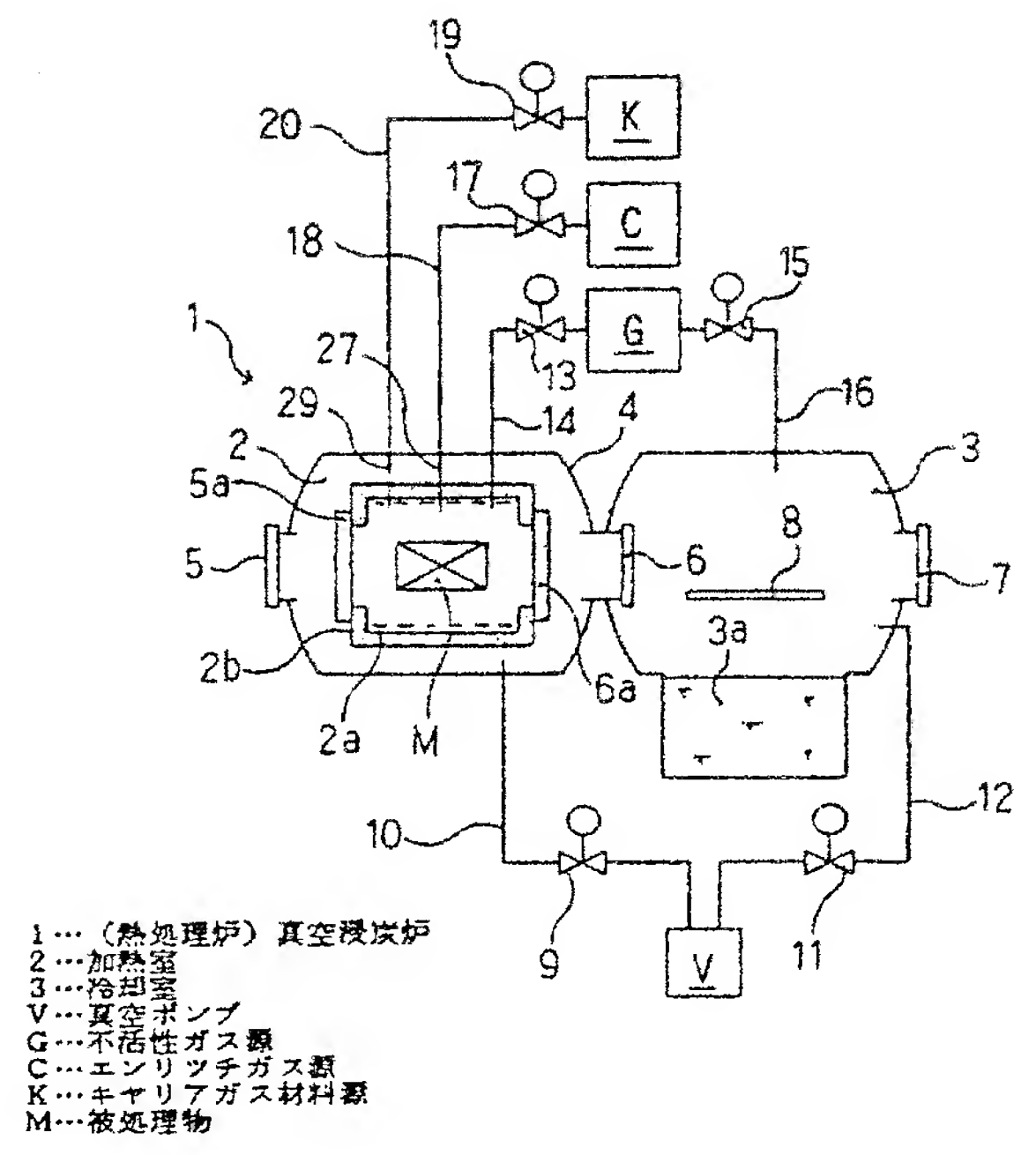
第1図はこの発明で使用する真空浸炭炉の断面図、

第2図は同実施例の運転サイクルを示す図である。

第 1 図

- 1 … (熱処理炉) 真空浸炭炉、
- 2 … 加熱室、
- 3 … 冷却室、
- V … 真空ポンプ、
- G … 不活性ガス源、
- C … エンリッチガス源、
- K … キャリアガス材料源、
- M … 被処理物、

特 許 出 願 人
杉 山 道 生
代 理 人
弁 理 士 飯 田 堅 太 郎
弁 理 士 飯 田 昭 夫



第 2 図

